

Lempung dan felspar, Cara uji kimia metode basah



© BSN 2010

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang menyalin atau menggandakan sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun dan dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN
Gd. Manggala Wanabakti
Blok IV, Lt. 3,4,7,10.
Telp. +6221-5747043
Fax. +6221-5747045
Email: dokinfo@bsn.go.id
www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

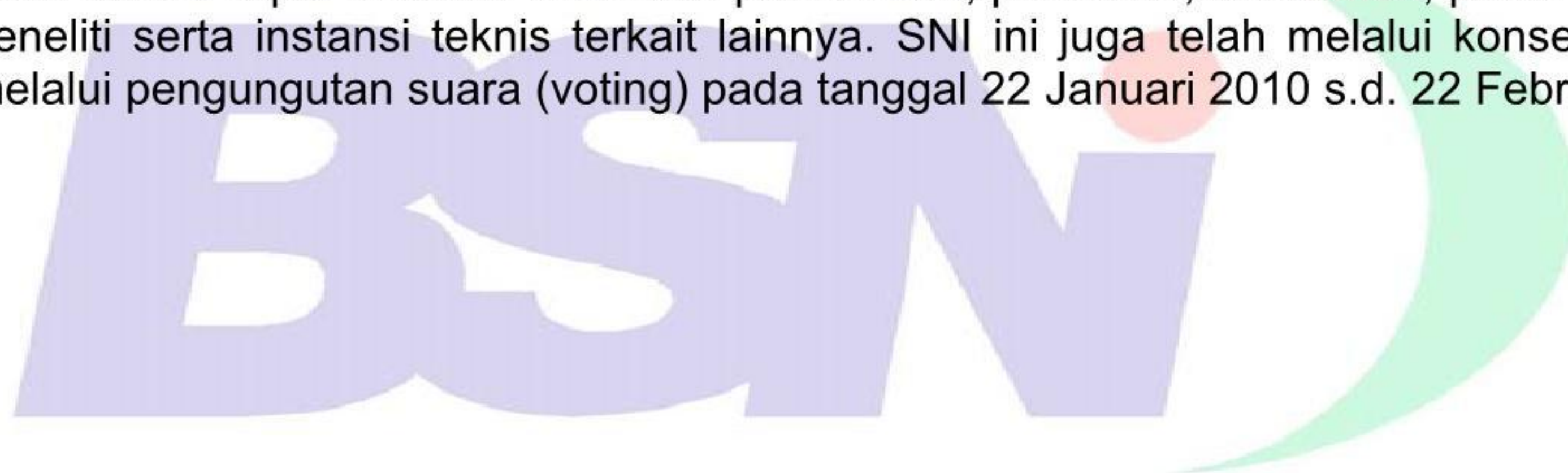
Daftar isi

Daftar isi.....	i
Prakata	ii
1 Ruang lingkup.....	1
2 Acuan normatif.....	1
3 Preparasi contoh.....	1
4 Metode analisis.....	1
5 Pengerjaan blanko.....	1
6 Kadar Air.....	1
7 Hilang Pijar	2
8 Silika (SiO_2)	2
9 Alumina (Al_2O_3).....	3
10 Besi Oksida (Fe_2O_3).....	4
11 Titan Oksida (TiO_2)	7
12 Kalsium Oksida (CaO) dan Magnesium Oksida (MgO) dengan metode titrasi kompleksometri.....	8
13 Natrium Oksida (Na_2O), Kalium Oksida (K_2O) dan Litium Oksida (Li_2O) dengan metode Flame Fotometri.....	9
14 Mangan Oksida (MnO)	10
15 Tembaga Oksida (CuO).....	12
Lampiran A Presisi dan akurasi	17
Bibliografi	17

Prakata

Standar Nasional Indonesia (SNI) metode uji kimia bahan baku "*Lempung dan felspar, Cara uji kimia metode basah*" merupakan revisi dari SNI-15-0449-1989, *Cara uji kimia untuk lempung dan feldspar metode basah*. Perumusan dilakukan dengan menterjemahkan beberapa referensi yaitu ASTM C 323 – 56 (*reapproved 2006*) "*Standard Test Methods for Chemical Analysis of Ceramic Whiteware Clays*", ASTM C 322 "*Practice for Sampling Ceramic Whiteware Clays*" dan ASTM E 11 "*Specification for Wire Cloth and Sieves for Testing Purposes*", ASTM D 3682-01 "*Standard Test Methods for Major and Minor Elements in Combustion Residues from Coal Utilization Processes. Al₂O₃, CaO, Fe₂O₃, MgO, K₂O, Na₂O, TiO₂, SiO₂*", ASTM E 31 "*Chemical Analysis of Ferro Alloys (CuO)*" dan ASTM C 169 "*Standard Test Method for Chemical Analysis of Soda Lime and Borosilicate Glass (MnO)*". Selain itu ditambahkan metode yang mengacu pada metode dari SNI 15-4936-1998, Cara uji bata tahan api jenis alumina tinggi dan jenis samot (penentuan Al₂O₃) dan SNI 15-1569-1989, Barang tahan api mullit (CaO dan MgO). Dengan adanya standar ini maka SNI-15-0449-1989 Cara uji kimia untuk lempung dan feldspar metode basah, tidak berlaku.

Standar ini disusun oleh Panitia Teknis 81-01, Industri Kaca dan Keramik dan telah dibahas dalam rapat konsensus lingkup panitia teknis di Bandung pada tanggal 15 Oktober 2008. Hadir dalam rapat tersebut wakil dari pemerintah, produsen, konsumen, pakar akademis dan peneliti serta instansi teknis terkait lainnya. SNI ini juga telah melalui konsensus nasional melalui pengungutan suara (voting) pada tanggal 22 Januari 2010 s.d. 22 Februari 2010.



Lempung dan felspar, Cara uji kimia metode basah

1 Ruang lingkup

- 1.1 Metode uji ini menetapkan analisis kimia untuk bahan baku keramik dengan parameter uji meliputi : Kadar Air, Hilang Pijar, Silika (SiO_2), Alumina (Al_2O_3), Besi Oksida (Fe_2O_3), Titan Oksida (TiO_2), Kalsium Oksida (CaO), Magnesium Oksida (MgO), Natrium Oksida (Na_2O), Kalium Oksida (K_2O), Litium Oksida (Li_2O), Mangan Oksida (MnO), dan Cupri Oksida (CuO).
- 1.2 Standar ini tidak memuat yang ada hubungannya dengan keamanan dan kesehatan.

2 Acuan normatif

ASTM C 323 – 2006, *Standard Test Methods for Chemical Analysis of Ceramic Whiteware Clays*.

ASTM E 11, *Specification for Wire Cloth and Sieves for Testing Purposes*.

3 Preparasi contoh

- a) Pecahkan contoh dengan *jaw crusher* atau *roll crusher* kecil sampai lolos saringan 2,36 mm (No.8), kemudian haluskan sampai lolos ayakan no. 20 (850 μm).
- b) Campurkan dan lakukan kuartering sampai berat contoh tinggal 50 gram. Haluskan contoh tersebut sampai lolos ayakan no. 100 (150 μm). Simpan contoh tersebut kedalam *sample box*, yang bebas kontaminasi.
- c) Haluskan contoh menggunakan mortar (agat, alumina, mullit atau boron karbida) sampai lolos ayakan no. 200 (75 μm).

4 Metode analisis

Penentuan metode analisis dan perhitungan persentase komposisi oksida dilakukan pada contoh yang sudah bebas kadar air yaitu sudah dipanaskan dalam oven listrik pada suhu 105 °C – 110 °C sampai dengan berat tetap. Penentuan kadar air dilakukan dengan cara penimbangan sebelum dan sesudah pemanasan contoh dengan menggunakan botol timbang.

5 Pengerjaan blanko

Buatlah pengerjaan blanko pada setiap parameter uji kimia bahan baku keramik dan kurangi blanko setiap parameter, untuk penentuan blanko Silika (SiO_2), seharusnya ditambahkan kira-kira 0,25 g Aluminium Chlorida (AlCl_3) sebagai Alumina (Al_2O_3).

6 Kadar Air

- a) Timbang 1 gram contoh dalam botol timbang yang sudah diketahui beratnya dan panaskan dalam oven 105 °C – 110 °C.
- b) Dinginkan dan timbang sampai berat tetap.

- c) Kehilangan beratnya dicatat. Hitung kadar air sesuai rumus berikut:

$$\text{Kadar Air} = \frac{\text{kehilangan berat}}{\text{berat contoh}} \times 100 \%$$

7 Hilang Pijar

- Timbang 1 gram contoh kering (105 °C – 110 °C) ke dalam krus platina yang sudah diketahui berat tetapnya.
- Pijarkan pada suhu 900 °C -1000°C dalam tungku *Muffle* atau tungku gas sampai diperoleh berat tetap.
- Kehilangan beratnya dicatat. Hitung kadar Hilang Pijar sesuai rumus berikut:

$$\text{Kadar Hilang Pijar} = \frac{\text{kehilangan berat}}{\text{berat contoh}} \times 100 \%$$

8 Silika (SiO₂)

8.1 Pereaksi

- HCl 1:1, pa (dari HCl 37 % sp.gr 1.17).
- Na₂CO₃ anhidrat, pa.
- HF 40 % pa.
- H₂SO₄ 10 %, pa (dari H₂SO₄ 95-98 % sp.gr 1.84).
- Kertas saring bebas abu (Whatmann no.40).
- Aquades.

8.2 Cara kerja

- Timbang 0,5 gram contoh kering (105 °C - 110 °C) ke dalam krus platina yang sudah berisi Na₂CO₃ anhidrat 5 gram, aduk dengan baik menggunakan kawat platina. Tutup campuran tersebut dengan sedikit Na₂CO₃ anhidrat lagi.
- Panaskan secara bertahap dari suhu rendah sampai suhu kira-kira 1000 °C - 1100 °C selama 1 jam sampai leburan tercapai sempurna.
- Setelah leburan sempurna miringkan supaya leburan keluar dari alas krus dan mudah untuk dilarutkan dengan HCl.
- Dinginkan, masukkan krus dan leburan tersebut ke dalam gelas piala 250 mL.
- Tambahkan 50 mL HCl 1:1 untuk melepas leburan (bila perlu dididihkan).
- Setelah leburan larut semua ambil krus platina tersebut dan bilas dengan aquades ke dalam larutan tersebut.
- Kisatkan leburan tersebut di atas hot plate dalam ruang asam sampai kering.
- Garam-garam yang sudah kering tersebut basahi dengan 5 mL HCl 1:1 dan aquades panas 25 mL, diamkan beberapa menit.
- Saring ke dalam labu ukur 250 mL menggunakan kertas saring Whatman no. 40.
- Cuci dengan aquadest panas sebanyak 3 kali sampai bebas garam.
- Untuk memperoleh kembali SiO₂ yang terbawa ke dalam filtrat maka lakukan pengerjaan tersebut seperti pada butir g) dan h) kemudian cuci lagi dengan aquades panas sampai bebas garam.

- l) Endapan dipijarkan dalam krus platina yang sudah dipijarkan dan sudah diketahui beratnya, pada suhu 1100 °C - 1200 °C.
- m) Filtratnya ditepatkan dan dihomogenkan untuk analisis beberapa parameter yang dikehendaki (sebagai larutan baku A).
- n) Untuk memperoleh SiO₂ murni hasil abu dari butir l) basahi dengan H₂SO₄ 10 % dan 10 mL HF 40 % kisatkan sampai kering.
- o) Setelah kering pijarkan dan timbang kehilangan berat sebagai berat SiO₂ yang dihasilkan. Hitung kadar SiO₂ sesuai rumus perhitungan berikut:

$$\text{Kadar SiO}_2 = \frac{\text{berat SiO}_2}{\text{berat contoh}} \times 100 \%$$

9 Alumina (Al₂O₃)

9.1 Pereaksi

- a) **Zink sulfat (ZnSO₄) 0,02 N**
Larutkan 5,7508 gram ZnSO₄.7H₂O dengan aquades dalam labu ukur 1000 mL, kemudian tepatkan sampai tanda batas dan kocok sampai homogen.
- b) **Larutan Dinatrium Etilen Diamin Tetra Asetat (EDTA) 0,02 N**
Larutkan 7,4448 gram Dinatrium EDTA dengan aquades dalam labu ukur 1000 mL, kemudian tepatkan sampai tanda batas dan kocok sampai homogen.
- c) **NaOH 4 N : Na₂CO₃ 5 % (4 : 1)**
Larutkan 128 gram NaOH dalam gelas piala 400 mL, 10 gram Na₂CO₃ dalam gelas piala 100 mL, kemudian pindahkan kedalam labu ukur 1000 mL dan tambahkan aquades sampai tanda batas lalu kocok sampai homogen.
- d) **NaOH 0,50 N : Na₂CO₃ 2 % (1 : 1)**
Larutkan 10 gram NaOH dalam gelas piala 400 mL, 10 gram Na₂CO₃ dalam gelas piala 100 mL, kemudian pindahkan kedalam labu ukur 1000 mL dan tambahkan aquades sampai tanda batas lalu kocok sampai homogen.
- e) **Buffer pH 5,5**
Larutkan 29,52 gram Natrium Asetat dalam gelas piala 400 mL, kemudian tambahkan aquades hingga larut sempurna. Tambahkan 3,8 mL Asam Asetat glasial, aduk dan tepatkan dalam labu ukur 1000 mL. Untuk pengecekan pH dilakukan menggunakan pH meter dan tepatkan nilainya sampai pH 5,5 dengan penambahan Natrium Asetat maupun Asam Asetat.
- f) **Indikator Xylenol Orange (XO)**
Timbang 0,25 gram indikator *Xylenol Orange* menggunakan botol timbang dan 25 gram NaCl kemudian masukkan kedalam mortar agat. Aduk dan haluskan kedua campuran tersebut hingga homogen. Simpan kedalam botol warna gelap.
- g) **Indikator Phenol Red 0,01 %**
Larutkan 0,01 gram indikator Phenol Red dalam labu ukur 100 mL, tambahkan alkohol 60 % dan tepatkan sampai tanda batas dan kocok sampai homogen.

9.2 Cara kerja

- Pipet 25 mL larutan baku A dalam gelas piala 250 mL.
- Tambahkan 3 tetes Phenol merah, 10 mL larutan NaOH 4 N : Na₂CO₃ 5% (4:1), sampai warna merah dan panaskan sampai mendidih, kemudian dinginkan sampai pengendapan sempurna.
- Saring endapan dengan kertas saring Whatmann No. 41, cuci endapan dengan larutan NaOH 0,50 N : Na₂CO₃ 2 % (1:1) ke dalam erlenmeyer 300 mL.
- Tambahkan 25 mL larutan Dinatrium EDTA 0,02 N ke dalam filtrat tersebut.
- Tambahkan HCl (1:1) sampai netral (ditandai warna pucat).
- Tambahkan ± 30 mg indikator XO dan 5 mL buffer pH 5.5 .Titrasi dengan larutan ZnSO₄ 0,0200 N sampai larutan berubah warna dari pucat menjadi merah muda.
- Lakukan juga titrasi pada larutan 25 mL Dinatrium EDTA 0,02 N (titrasi blanko) dengan larutan ZnSO₄ 0,0200 N.
- Hitung kadar Al₂O₃ dengan rumus berikut:

$$Kadar Al = \frac{fp \times (V_{blanko} - V_{titrasi}) \times N ZnSO_4 \times Ar Al}{mg contoh} \times 100 \%$$

$$Kadar Al_2O_3 = \frac{Mr Al_2O_3}{2(Ar Al)} \times kadar Al$$

Keterangan :

- Fp : faktor pengenceran (volume labu ukur / volume pipet)
 N ZnSO₄ : konsentrasi ZnSO₄ (Normalitas)
 Mr : Massa molekul relatif (Mr Al₂O₃ = 101,9612 g/mol)
 Ar : Massa atom relatif (Ar Al = 26,9815 g/mol)

10 Besi Oksida (Fe₂O₃)

10.1 Metode UV-Visible Spektrofotometri

10.1.1 Pereaksi

- Larutan standar Fe 1000 mg/L**
- Ortho Phenantroline 0,25 %**
Larutkan 0,25 gram Ortho Phenantroline dalam gelas piala 250 mL. Pindahkan kedalam labu ukur 100 mL dan tepatkan dengan aquades sampai tanda batas dan kocok sampai homogen.
- Larutan Natrium Asetat 0,2 N**
Larutkan 16,4069 gram Natrium Asetat dalam gelas piala 250 mL. Pindahkan kedalam labu ukur 1000 mL, tepatkan dengan aquades sampai tanda batas dan kocok sampai homogen.
- Larutan Natrium Asetat 2 N**
Larutkan 164,069 gram Natrium Asetat dengan aquades dalam labu ukur 1000 mL, sampai tanda batas dan kocok sampai homogen.

e) Hidroksilamonium Klorida 10 %

Larutkan 10 gram Hidroksilamonium Klorida dengan aquades dalam labu ukur 100 mL, tepatkan sampai tanda batas dan kocok sampai homogen.

10.1.2 Cara kerja**10.1.2.1 Pembuatan kurva kalibrasi**

- Pipet 10 mL dari larutan standar Fe 1000 mg/L dan encerkan dengan aquades dalam labu ukur 100 mL sehingga menjadi larutan standar Fe 100 mg/L.
- Dari larutan standar Fe 100 mg/L tersebut, pindahkan masing-masing 2 mL, 4 mL, 6 mL, 8 mL dan 10 mL melalui buret 25 mL ke dalam labu ukur 100 mL sehingga menjadi larutan standar Fe 2, 4, 6, 8 dan 10 mg/L.
- Tambahkan 5 mL hidroksil Amonium Klorida.
- Atur pH-nya antara 3–6 dengan penambahan Natrium Asetat 2 N dan 0,2 N.
- Tambahkan 5 mL Ortho Phenanthroline, kemudian tepatkan dalam labu ukur 100 mL dengan aquadest dan kocok sampai homogen.
- Ukur absorbannya dengan menggunakan UV-Visible Spektrophotometer pada panjang gelombang 510 nm.

10.1.2.2 Pengukuran contoh

- Pipet 25 mL dari larutan baku A dalam labu ukur 100 mL.
- Tambahkan 5 mL hidroksil Amonium klorida.
- Atur pH nya antara 3 – 6 dengan penambahan Natrium Asetat 2 N dan 0,2 N.
- Tambahkan 5 mL Ortho Phenanthroline kemudian tepatkan dalam labu ukur 100 mL dengan aquades dan homogenkan.
- Ukur absorbannya dengan menggunakan UV-Visible Spektrophotometer pada panjang gelombang 510 nm. Dari nilai absorban tersebut dapat ditentukan konsentrasi Fe_2O_3 (mg/L) dalam contoh melalui kurva kalibrasinya.
- Hitung kadar Fe_2O_3 dengan rumus berikut:

$$\text{Kadar Fe} = \frac{V \text{ labu} \times \text{mg} / \text{L contoh}}{1000 \times \text{mg contoh}} \times f_p \times 100 \%$$

$$\text{Kadar Fe}_2\text{O}_3 = \frac{\text{Mr Fe}_2\text{O}_3}{2 (\text{Ar Fe})} \times \text{kadar Fe}$$

Keterangan :

Fp : faktor pengenceran (volume labu ukur / volume pipet)
 Mr : Massa molekul relatif (Mr Fe_2O_3 = 159,6922 g/mol)
 Ar : Massa atom relatif (Ar Fe = 55,847 g/mol)

10.2 Metode Atomic Absorption Spectrometri (AAS)

10.2.1 Pereaksi

a) Larutan standar Fe 1000 mg/L

b) Larutan HNO₃ 0,5 N

Encerkan 34,62 mL HNO₃ pekat (sp.gr 1,42) dengan gelas ukur ke dalam labu ukur 1000 mL yang sudah berisi aquadest 200 mL, tepatkan sampai tanda batas dan kocok sampai homogen.

c) Aquades

10.2.2 Cara kerja

10.2.2.1 Pembuatan kurva kalibrasi

- Pipet 10 mL larutan standar Fe 1000 mg/L, masukkan ke dalam labu ukur 100 mL.
- Tepatkan sampai tanda batas dengan HNO₃ 0,5 N dan kocok sampai homogen sehingga menjadi larutan standar Fe 100 mg/L.
- Masukkan 5 mL, 10 mL, 15 mL, 20 mL, 25 mL larutan standar Fe 100 mg/L ke dalam labu ukur 100 mL.
- Tepatkan sampai tanda batas dengan HNO₃ 0,5 N dan kocok sampai homogen sehingga menjadi larutan standar Fe 5 mg/L, 10 mg/L, 15 mg/L, 20 mg/L, dan 25 mg/L.
- Kemudian ukur standar tersebut dengan menggunakan alat AAS.

Parameter alat yang digunakan adalah sebagai berikut :

Kuat arus lampu : 5 mA
 Gas bahan bakar : Asetilen
 Pendukung : udara
 Kondisi pembakaran : oksidasi
 Panjang gelombang : 248,3 nm
 Lebar celah : 0,2 nm

10.2.2.2 Pengukuran contoh

Ukur langsung larutan filtrat hasil peleburan (larutan baku A) dengan alat AAS. Kadar Fe₂O₃ dan Fe dapat dihitung melalui rumus berikut:

$$Kadar Fe = \frac{V \text{ labu ukur}}{1000} \times \frac{mg / L \text{ contoh}}{mg \text{ contoh}} \times 100 \% \times fp$$

$$Kadar Fe_2O_3 = \frac{Mr Fe_2O_3}{2 (Ar Fe)} \times kadar Fe$$

Keterangan :

Fp : faktor pengenceran (volume labu ukur / volume pipet)
 Mr : Massa molekul relatif (Mr Fe₂O₃ = 159,6922 g/mol)
 Ar : Massa atom relatif (Ar Fe = 55,847 g/mol)

11 Titan Oksida (TiO₂)

11.1 Pereaksi

a) **Hidrogen Peroksida (H₂O₂) 3 %**

Ukur H₂O₂ pekat (30%) sebanyak 100 mL dengan gelas ukur. Masukkan ke dalam labu ukur 1 liter. Encerkan dan tepatkan sampai tanda batas dengan aquadest lalu homogenkan.

b) **Asam Fosfat (H₃PO₄) 0,20 N**

Encerkan 4,5 mL H₃PO₄ 85 % dengan pipet ukur dan masukkan dalam labu ukur 1000 mL yang sudah berisi aquades, tepatkan sampai tanda batas dan kocok hingga homogen.

c) **Asam Sulfat (H₂SO₄) 1:1**

Encerkan 500 mL H₂SO₄ pekat (sp.gr 1,84) menggunakan gelas ukur 1 Liter kedalam labu ukur 1000 mL yang sudah berisi aquades secara hati-hati melalui dinding labu ukur hingga 1000 mL. Biarkan dingin kemudian masukkan dalam botol pereaksi dan kocok sampai homogen.

11.2 Pembuatan kurva kalibrasi

a) Pipet 10 mL dari larutan standar Ti 1000 mg/L dan encerkan dalam labu ukur 100 mL sehingga menjadi larutan standar Ti 100 mg/L.

b) Dari larutan standar Ti 100 mg/L tersebut, pindahkan masing – masing 5 mL, 10 mL, 15 mL, 20 mL dan 25 mL melalui buret 50 mL ke dalam labu ukur 100 mL sehingga menjadi larutan standar Ti 5, 10, 15, 20 dan 25 mg/L.

c) Tambahkan 5 mL H₂SO₄ 1:1 .

d) Tambahkan 5 mL H₃PO₄ 0,2 N.

e) Tambahkan 5 mL H₂O₂ dan diamkan 5 menit.

f) Ukur absorbannya dengan menggunakan UV-Visible Spektrophotometer pada panjang gelombang 420 nm.

11.3 Pengukuran contoh

a) Ambil 25 mL larutan baku A ke dalam labu ukur 100 mL.

b) Tambahkan 5 mL H₂SO₄ 1:1 dalam suhu kamar.

c) Tambahkan 5 mL H₂O₂ dan diamkan 5 menit.

d) Ukur Absorbannya pada panjang gelombang 420 nm.

e) Hitung kadar TiO₂ dengan rumus berikut:

$$Kadar\ Ti = \frac{V\ labu\ ukur}{1000} \times \frac{mg / L\ contoh}{mg\ contoh} \times 100\ \% \times fp$$

$$Kadar\ TiO_2 = \frac{Mr\ TiO_2}{Ar\ Ti} \times kadar\ Ti$$

Keterangan :

Fp : faktor pengenceran (volume labu ukur / volume pipet).

Mr : Massa molekul relatif (Mr TiO₂ = 236,3688 g/mol).

Ar : Massa atom relatif (Ar Ti = 204,37 g/mol).

12 Kalsium Oksida (CaO) dan Magnesium Oksida (MgO) dengan metode titrasi kompleksometri

12.1 Pereaksi

- a) **Larutan Dinatrium Etilen Diamin Tetra Asetat (EDTA) 0,01 N**
Larutkan 3,7220 gram Dinatrium Etilen Diamin Tetra Asetat (EDTA) dengan aquades dalam labu ukur 1000 mL, tepatkan sampai tanda batas dan kocok hingga homogen. Simpan dalam botol plastik Polietilen.
- b) **Larutan Kalium Hidroksida (KOH) 8 N**
Larutkan dengan hati-hati 44,8 gram KOH padat dengan aquades dalam gelas piala 250 mL, masukkan ke dalam labu ukur 500 mL yang sudah berisi aquades dan tepatkan sampai tanda batas dan kocok hingga homogen.
- c) **Larutan Tri Etanol Amin (TEA) 1 : 1**
Encerkan 500 mL TEA dengan 500 mL aquades. Masukkan dalam botol pereaksi dan kocok sampai homogen.
- d) **Larutan Kalium Sianida (KCN) 5 %**
Larutkan 5 gram KCN dengan aquades dalam labu ukur 100 mL, tepatkan sampai tanda batas dan kocok sampai homogen.
- e) **Hidroksil Amonium Klorida kristal (HONH₃Cl)**
- f) **Larutan NH₄Cl 10 %**
Larutkan 100 gram NH₄Cl dalam labu ukur 1000 mL dengan aquades, tepatkan sampai tanda batas dan kocok sampai homogen kemudian pindahkan kebotol pereaksi /botol plastik Polietilen.
- g) **Indikator Eriochrome Black T (EBT)**
Larutkan 0,5 gram EBT dan 4,5 gram Hidroksilamonium Klorida dalam labu ukur 100 mL dengan alkohol 96 % dan tepatkan sampai tanda batas dan kocok sampai homogen.
- h) **Indikator Metil merah (MM)**
Larutkan 0,1 gram MM dalam labu ukur 100 mL dengan aquades, tepatkan sampai tanda batas dan kocok sampai homogen.
- i) **Indikator Calsein trituras**
Timbang 0,2 gram calsein, 0,12 gram Thymolphtalein dan 20 gram KNO₃, kemudian masukkan kedalam lumpang agate untuk dihaluskan dan simpan dalam botol berwarna gelap.

12.2 Membuat larutan persediaan

- a) Pipet 50 mL larutan baku A pada gelas piala 250 mL.
- b) Tambahkan 5 mL NH₄Cl 10 % kemudian panaskan dan dinginkan.
- c) Tambahkan indikator metil merah sampai merah dan NH₃ 1 : 1 sampai warna kuning.
- d) Saring dalam labu ukur 100 mL dan cuci dengan larutan NH₄NO₃ 2 %.
- e) Tepatkan hingga volumenya tepat 100 mL (larutan persediaan B).

12.2.1 Penetapan CaO

- Pipet 25 mL larutan persediaan B dalam erlenmeyer 300 mL.
- Tambahkan 5 mL KCN 5 %, 5 mL TEA 1 : 1 .
- Tambahkan 5 mL KOH 8 M.
- Tambahkan ± 30 mg indikator kalsein trituras dan 50 mL aquades.
- Titrasasi dengan larutan EDTA 0,01 N (V_b mL).
- Hitung kadar CaO dengan rumus berikut:

$$\text{Kadar CaO} = \frac{fp \times V_b \times N \text{ EDTA} \times Mr \text{ CaO}}{mg.\text{contoh}} \times 100 \%$$

Keterangan :

- fp : faktor pengenceran (volume labu ukur / volume pipet)
 N EDTA : konsentrasi EDTA (Normalitas)
 Mr : Massa molekul relatif ($Mr \text{ CaO} = 56,0794 \text{ g/mol}$)

12.2.2 Penetapan gabungan CaO dan MgO

- Pipet 25 mL larutan persediaan B masukkan ke dalam erlenmeyer 250 mL .
- Tambahkan 5 mL larutan TEA 1 : 1 dan 5 mL KCN 5% .
- Tambahkan ± 30 mg HONH_3Cl .
- Tambahkan 5 mL larutan buffer pH 10.0 dan 6 tetes indikator EBT.
- Titrasasi dengan larutan EDTA 0,01 N (V_a mL).
- Hitung kadar MgO dengan rumus sebagai berikut :

$$\text{Kadar MgO} = \frac{fp \times (V_a - V_b) \times N \text{ EDTA} \times Mr.MgO}{mg.\text{contoh}} \times 100\%$$

Keterangan :

- fp : faktor pengenceran (volume labu ukur / volume pipet)
 N EDTA : konsentrasi EDTA (Normalitas)
 Mr : Massa molekul relatif ($Mr \text{ MgO} = 40,3114 \text{ g/mol}$)

13 Natrium Oksida (Na_2O), Kalium Oksida (K_2O) dan Litium Oksida (Li_2O) dengan metode Flame Fotometri.

13.1 Pereaksi

- HF 40 %
- H_2SO_4 10 %
- Aquades
- Kertas saring no. 41.
- HCl 1:1
- Larutan standar Na 1000 mg/L
- Larutan standar K 1000 mg/L

- h) Larutan standar Li 1000 mg/L

13.2 Pembuatan kurva kalibrasi

- Dari larutan standar Na/K atau Li 1000 mg/L, pipet 10 mL ke dalam labu ukur 100 mL.
- Encerkan dengan HNO₃ 0,5 N dalam labu ukur 100 mL, tepatkan sampai tanda batas dan kocok sampai homogen (larutan standar Na/K atau Li 100 mg/L).
- Buatlah deret larutan standar Na/K atau Li 2, 5, 10, 15, 20, 25, 30 dan 35 mg/L, masing-masing dalam labu ukur 100 mL dengan memasukkan dengan teliti 2, 5, 10, 15, 20, 25, dan 35 mL larutan standar Na/K atau Li 100 mg/L kemudian encerkan dengan HNO₃ 0,5 N dan tepatkan sampai tanda batas dan kocok sampai homogen.
- Kemudian ukur larutan standar tersebut dengan menggunakan alat flame fotometer.

13.3 Pembuatan larutan contoh

- Timbang ± 0.2 gram contoh dalam cawan platina.
- Tambahkan 1 mL H₂SO₄ 10 % dan 10 mL HF 40 %.
- Kisatkan dalam ruang asam.
- Teteskan H₂SO₄ 10 % dan HF 40 % kembali dan uapkan hingga kering.
- Masukkan cawan platina berisi endapan tersebut dalam gelas kimia 600 mL.
- Larutkan kembali dengan HCl 1 : 1, kemudian saring dengan kertas saring Whatmann No. 41, bilas dan cuci dengan aquades.
- Tempatkan filtrat dalam labu ukur 250 mL dan tepatkan sampai tanda batas dengan aquades.
- Homogenkan dan ukur dengan Flame photometer.
- Hitung kadar Na/ K/ Li dan masing-masing oksidanya dengan rumus berikut:

$$\text{Kadar Na / K / Li} = \frac{V \text{ labu ukur}}{1000} \times \frac{\text{mg / L contoh}}{\text{mg contoh}} \times 100 \% \times fp$$

$$\text{Kadar Na}_2\text{O} = \frac{Mr \text{ Na}_2\text{O}}{2(Ar \text{ Na})} \times \text{kadar Na}$$

$$\text{Kadar K}_2\text{O} = \frac{Mr \text{ K}_2\text{O}}{2(Ar \text{ K})} \times \text{kadar K}$$

$$\text{Kadar Li}_2\text{O} = \frac{Mr \text{ Li}_2\text{O}}{2(Ar \text{ Li})} \times \text{kadar Li}$$

Keterangan :

Fp : faktor pengenceran (volume labu ukur / volume pipet)

Mr : Massa molekul relatif (Mr Na₂O = 61,978 g/mol, Mr K₂O = 94,196 g/mol, Mr Li₂O = 29,8774 g/mol)

Ar : Massa atom relatif (Ar Na = 22,9893 g/mol, Ar K = 39,0983 g/mol, Ar Li = 6,939 g/mol)

14 Mangan Oksida (MnO)

14.1 Metoda UV-Visible Spektrophotometri

14.1.1 Preaksi

- KIO₄ (Kalium Periodat)

- b) Larutan standar Mn 1000 mg/L
- c) H_3PO_4 85 % (pekat)

14.1.2 Pembuatan Kurva kalibrasi

- a) Pipet 10 mL dari larutan standar Mn 1000 mg/L dan encerkan dalam labu ukur 100 mL sehingga menjadi larutan standar 100 mg/L.
- b) Dari larutan standar Mn 100 mg/L, pindahkan masing-masing 2 mL, 4 mL, 6 mL, 8 mL dan 10 mL dan 25 mL ke dalam gelas piala 100 mL.
- c) Tambahkan 5 mL H_3PO_4 85 % dan $\pm 0,3$ gram KIO_4 kemudian panaskan sampai serbuk KIO_4 habis bereaksi.
- d) Dinginkan lalu pindahkan ke labu ukur 100 mL, tepatkan sampai tanda batas dengan aquades dan kocok sampai homogen.
- e) Ukur absorbannya menggunakan UV-Visible Spektrophotometer pada $\lambda = 545$ nm.

14.1.2 Pengukuran larutan contoh

- a) Pipet 25 mL larutan baku A ke dalam gelas piala 100 mL.
- b) Tambahkan 5 mL H_3PO_4 85 %.
- c) Setelah mendidih api kecilkan kemudian tambahkan KIO_4 sebanyak 0,3 gram. Pemanasan diteruskan sampai serbuk KIO_4 habis bereaksi.
- d) Dinginkan lalu pindahkan ke labu ukur 100 mL. (Bila contoh mengandung Mn ditandai dengan munculnya warna violet dari larutan).
- e) Tepatkan sampai tanda batas dengan aquades dan kocok sampai homogen.
- f) Ukur absorbannya menggunakan UV-Visible Spektrophotometer pada $\lambda = 545$ nm.
- g) Hitung kadar Mn atau MnO dengan rumus berikut:

$$\text{Kadar Mn} = \frac{V \text{ labu ukur}}{1000} \times \frac{\text{mg / L contoh}}{\text{mg contoh}} \times 100 \% \times fp$$

$$\text{Kadar MnO} = \frac{Mr \text{ MnO}}{Ar \text{ Mn}} \times \text{kadar Mn}$$

Keterangan:

Fp : faktor pengenceran (volume labu ukur / volume pipet)

Mr : Massa molekul relatif (Mr MnO = 70,9374 g/mol)

Ar : Massa atom relatif (Ar Mn = 54,9380 g/mol)

14.2 Metoda Atomic Absorption Spectrometri (AAS)

14.2.1 Perekasi

- a) **HNO_3 0,5 N**
Encerkan 34,62 mL HNO_3 pekat (sp.gr 1,42) dengan aquades dalam gelas ukur kedalam labu ukur 1 liter yang sudah berisi aquades, tepatkan sampai tanda batas dengan lalu kocok sampai homogen.
- b) **Larutan standar Mn 1000 mg/L**

14.2.2 Pembuatan kurva kalibrasi

- a) Dari larutan standar Mn 1000 mg/L, pipet 10 mL ke dalam labu ukur 100 mL.
- b) Tepatkan sampai tanda batas dengan HNO_3 0,5 N dan kocok sampai homogen (Larutan standar 100 mg/L).

- c) Masukkan 2 mL, 4 mL, 6 mL, 8 mL, 10 mL larutan standar Mn 100 mg/L ke dalam labu ukur 100 mL.
- d) Tepatkan sampai tanda batas dengan HNO₃ 0,5 N lalu homogenkan (Larutan standar Mn 2 mg/L, 4 mg/L, 6 mg/L, 8 mg/L, 10 mg/L).
- e) Ukur standar tersebut dengan menggunakan alat AAS. Parameter alat yang disarankan adalah sebagai berikut:

Kuat arus lampu : 5 mA
 Gas bahan bakar : Asetilen
 Pendukung : udara
 Kondisi pembakaran : oksidasi
 Panjang gelombang : 279,5 nm
 Lebar celah : 0,2 nm

14.2.3 Pengukuran larutan contoh

Ukur langsung larutan filtrat hasil peleburan (larutan baku A) dengan alat AAS. Kadar Mn dan MnO dapat dihitung melalui rumus berikut:

$$Kadar\ Mn = \frac{V\ labu\ ukur}{1000} \times \frac{mg/L\ contoh}{mg\ contoh} \times 100\% \times fp$$

$$Kadar\ MnO = \frac{Mr\ MnO}{Ar\ Mn} \times kadar\ Mn$$

Keterangan:

Fp : faktor pengenceran (volume labu ukur / volume pipet)
 Mr : Massa molekul relatif (Mr MnO = 70,9374 g/mol)
 Ar : Massa atom relatif (Ar Mn = 54,9380 g/mol)

15 Tembaga Oksida (CuO)

15.1 Pereaksi

- a) **HNO₃ 0,50 N**
Masukkan HNO₃ pekat sebanyak 34,62 mL dengan gelas ukur. Masukkan kedalam labu ukur 1 liter. Encerkan dan tepatkan sampai tanda batas dengan aquades dan kocok sampai homogen.
- b) **Larutan Standar Cu 1000 mg/L**

15.2 Metoda Atomic Absorption Spectrometri (AAS)

15.2.1 Pembuatan kurva kalibrasi

- a) Dari standar Cu 1000 mg/L, pipet 10 mL ke dalam labu ukur 100 mL.
- b) Tepatkan sampai tanda batas dengan HNO₃ 0,5 N dan kocok sampai homogen (larutan standar Cu 100 mg/L).

- c) Masukkan 2 mL, 4 mL, 6 mL, 8 mL, 10 mL larutan standar Cu 100 mg/L ke dalam labu ukur 100 mL.
- d) Tepatkan sampai tanda batas dengan HNO_3 0,5 N dan kocok sampai homogen (larutan standar Cu 2 mg/L, 4 mg/L, 6 mg/L, 8 mg/L, 10 mg/L).
- e) Ukur standar tersebut dengan menggunakan alat AAS. Parameter alat yang disarankan adalah sebagai berikut :

Kuat arus lampu : 4 mA
 Gas bahan bakar : Asetilen
 Pendukung : udara
 Kondisi pembakaran : oksidasi
 Panjang gelombang : 324,7 nm
 Lebar celah : 0,5 nm

15.2.2 Pengukuran larutan contoh

Ukur larutan filtrat hasil peleburan dengan alat AAS. Hitung kadar Cu atau CuO dengan rumus berikut:

$$\text{Kadar Cu} = \frac{V \text{ labu ukur}}{1000} \times \frac{\text{mg / L contoh}}{\text{mg contoh}} \times fp \times 100 \%$$

$$\text{Kadar CuO} = \frac{Mr \text{ CuO}}{Ar \text{ Cu}} \times \text{kadar Cu}$$

Keterangan:

Fp : faktor pengenceran (volume labu ukur / volume pipet)
 Mr : Massa molekul relatif (Mr CuO = 79,5454 g/mol)
 Ar : Massa atom relatif (Ar Cu = 63,546 g/mol)

15.3 Metode UV-Visible Spektrophotometri

15.3.1 Pereaksi

- a) **Larutan Standar Cu 1000 ppm**
- b) **Asam Sitrat 25 %**
Timbang 25 gram asam sitrat. Larutkan dengan aquades dalam labu ukur 100 ml. Tanda bataskan dan homogenkan.
- c) **NH_3 1 : 1**
Ukur menggunakan gelas ukur NH_3 25 % sebanyak 500 ml. Encerkan dengan 500 ml aquades dalam beaker glass 1 liter. Masukkan ke dalam botol reagent coklat.
- d) **EDTA 4 %**
Timbang 4 gram EDTA, larutkan dengan aquades dalam labu ukur 100 ml sambil dikocok hingga larut. Tanda bataskan dan homogenkan.
- e) **Natrium diethyl dithiocarbamate 0,2 %**
Timbang 0,2 gram Natrium diethyl dithiocarbamate, larutkan dengan aquades dalam labu ukur 100 ml. Tanda bataskan dan kocok sampai homogen.

- f) **Kloroform (CHCl₃)**
- g) **H₂SO₄ 5 %**
Pipet 2 ml larutan H₂SO₄ 1 : 1. Larutkan dengan aquades dalam labu ukur 200 ml. Tanda bataskan dan homogenkan.
- h) **HNO₃ 0,5 N**

15.3.2 Prosedur kurva kalibrasi

- a) Pipet 10 mL dari larutan standar Cu 1000 mg/L. Masukkan ke dalam labu ukur 100 mL. Tepatkan sampai tanda batas dengan HNO₃ 0,5 N dan homogenkan sehingga menjadi larutan standar Cu 100 mg/L.
- b) Masukkan sebanyak 1mL; 2mL; 3mL; 4mL; 5mL larutan standar Cu 100 mg/L ke dalam gelas piala 50 mL. Pada larutan tersebut tambahkan masing-masing 5 mL asam sitrat 25 %, 3,25 mL NH₃ 1 : 1 dan 15 mL EDTA 4 %.
- c) Kemudian masukkan ke dalam corong pemisah lalu tambahkan 10 mL natrium diethyl dithiocarbamate 0,2 % kemudian tambah 25 mL CHCl₃. Larutan diekstrak selama satu menit.
- d) Tambahkan 20 mL H₂SO₄ 5 % ekstrak lagi larutan tersebut selama 30 detik lalu diamkan.
- e) Masukkan larutan yang telah diekstrak ke dalam labu ukur 50 mL encerkan dengan CHCl₃. Tepatkan sampai tanda batas dan homogenkan sehingga menjadi standar Cu 2; 4; 6; 8; 10 mg/L.
- f) Ukur larutan standar dengan menggunakan alat Spectrophotometer UV-Visible pada panjang gelombang 435 nm.

15.3.3 Pengukuran larutan contoh

- a) Dari larutan filtrat hasil peleburan dalam labu ukur 250 mL, pipet 25 mL larutan tersebut ke dalam gelas piala 50 mL.
- b) Tambahkan 5 mL asam sitrat 25 %, 3,25 mL NH₃ 1 : 1 dan 15 mL EDTA 4 % kemudian masukkan ke dalam corong pemisah.
- c) Tambahkan 10 mL natrium diethyl dithiocarbamate 0,2 %, 25 mL CHCl₃ larutan diekstrak selama satu menit.
- d) Tambahkan 20 mL H₂SO₄ 5 % ekstrak lagi larutan tersebut selama 30 detik lalu diamkan.
- e) Masukkan larutan yang telah diekstrak ke dalam labu ukur 50 mL encerkan dengan CHCl₃. Tepatkan sampai tanda batas dan kocok sampai homogen.
- f) Ukur kadar sampel dalam larutan tersebut dengan menggunakan alat spectrophotometer UV-Visible dengan panjang gelombang 435 nm.
- g) Hitung kadar Cu atau CuO dengan rumus berikut:

$$Kadar\ Cu = \frac{V\ labu\ ukur}{1000} \times \frac{mg / L\ contoh}{mg\ contoh} \times fp \times 100 \%$$

$$Kadar\ CuO = \frac{Mr\ CuO}{Ar\ Cu} \times kadar\ Cu$$

Keterangan:

Fp : faktor pengenceran (volume labu ukur / volume pipet)

Mr : Massa molekul relatif (Mr CuO = 79,5454 g/mol)

Ar : Massa atom relatif (Ar Cu = 63,546 g/mol)

15.4 Tembaga Oksida (CuO) metode Titrimetri Iodometri

15.4.1 Pereaksi

- KI bebas iodat**
- H₂SO₄ 4 N**
Masukkan 44,5 mL H₂SO₄ 1:1 ke dalam labu ukur 200 mL. Larutkan dengan aquades, tanda bataskan dan homogenkan.
- Amilum 10 %**
Timbang 10 gram amilum larutkan dengan 100 mL aquades dalam beaker glass, panaskan.
- K₂Cr₂O₇ 0,10 N**
Timbang 0,4903 gram K₂Cr₂O₇ larutkan dengan aquades dalam labu ukur 1000 mL, tanda bataskan dan homogenkan.
- CHCl₃**
- Na₂CO₃ p.a**
- Larutan baku Na₂S₂O₃ 0,1 N**
Timbang 25 gram Na₂S₂O₃·5H₂O larutkan dengan 20 mL aquades yang telah ditambah 0,01 gram Na₂CO₃ p.a padat. Aduk sampai larut kemudian tambahkan CHCl₃. Masukkan ke dalam labu ukur 1000 mL, larutkan dengan aquades, tanda bataskan dan homogenkan.

15.4.2 Standarisasi larutan Na₂S₂O₃

- Pipet 10 mL larutan K₂Cr₂O₇ 0,1 N ke dalam labu erlenmeyer bertutup gelas asa.
- Tambah 10 mL H₂SO₄ 4 N, tutup dan kocok.
- Titrasasi larutan dengan cepat menggunakan larutan baku Na₂S₂O₃ sampai warna coklat agak muda.
- Tambahkan 5 mL amilum, titrasasi sampai warna biru tepat hilang.
- Lakukan langkah a s/d d hingga didapat hasil dari 2 titrasasi berturutan yang berselisih tidak lebih dari 0,02 mL.
- Hitung normalitas larutan Na₂S₂O₃ tersebut.

$$N_{Na_2S_2O_3} = \frac{N_{K_2Cr_2O_7} \times V_{pipet}}{V_{titrasi}}$$

Keterangan:

N : Konsentrasi (Normalitas)

15.4.3 Penentuan kadar Tembaga Oksida

- Pipet 75 mL larutan sampel ke dalam labu erlenmeyer bertutup gelas asa.
- Tambahkan 1 gram KI bebas iodat lalu tambahkan 10 mL H₂SO₄ 2 M dengan cepat, tutup, dan kocok.

- c) Titrasi I_2 yang terbentuk dengan larutan baku tiosulfat secara cepat sampai warna coklat hampir hilang.
- d) Tambahkan 5 mL Amilum, titrasi sampai titik akhir dicapai.
- e) Lakukan langkah-langkah di atas sampai didapat dua hasil yang berturutan berselisih tidak lebih dari 0,02 mL.
- f) Hitung kadar tembaga dalam larutan contoh tersebut dengan rumus berikut:

$$Kadar\ Cu = \frac{V\ titrasi \times N\ Na_2S_2O_3 \times Ar\ Cu}{mg\ contoh} \times fp \times 100\ \%$$

$$Kadar\ CuO = \frac{Mr\ CuO}{Ar\ Cu} \times kadar\ Cu$$

Keterangan:

- Fp : faktor pengenceran (volume labu ukur / volume pipet)
 N : Konsentrasi (Normalitas)
 Mr : Massa molekul relatif (Mr CuO = 79,5454 g/mol)
 Ar : Massa atom relatif (Ar Cu = 63,546 g/mol)



Lampiran A

Presisi dan akurasi (informatif)

- Presisi menunjukkan kesesuaian antara beberapa hasil pengukuran yang diukur dengan cara yang sama.
- Nilai presisi biasanya dalam bentuk nilai RSD (*Relative Standard Deviation*) dan dihitung menggunakan rumus berikut :

$$\text{Rata - rata}, \bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n}$$

$$SD = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$$

$$RSD = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100 \%$$

Keterangan :

N	=	jumlah contoh
\bar{x}	=	nilai rata-rata
x_i	=	nilai ke i
SD	=	standar deviasi
RSD	=	Relatif Standar Deviasi

- Presisi dibandingkan dengan prediksi HORWITZ dengan rumus sebagai berikut:

$$RSD = 2^{(1 - \frac{1}{2} \log C)}$$

Keterangan :

C = fraksi dari konsentrasi rata-rata

- Suatu metode dikatakan valid apabila nilai presisinya lebih kecil dari prediksi HORWITZ.
- Akurasi menunjukkan kedekatan pengukuran terhadap nilai sebenarnya atau mengukur kesesuaian antara hasil dan nilai sebenarnya.
- Akurasi ditunjukkan dengan nilai perolehan kembali (recovery) dengan rumus sebagai berikut :

$$\text{Recovery (\%)} = \frac{(C1 - C2)}{C3} \times 100\%$$

Keterangan :

C1	=	Konsentrasi contoh + spike standar
C2	=	Konsentrasi contoh

C3 = Konsentrasi spike standar

g) Suatu metode dinyatakan valid dalam rentang konsentrasi ini apabila nilai recoverynya berada diantara 95-110 %.

h) Data presisi dan akurasi dalam standar ini dapat dilihat pada tabel 1 sebagai berikut :

Tabel 1 - Data akurasi dan presisi metode

No	Jenis uji	Recovery / Akurasi (%)	Presisi hasil pengujian (%)	Prediksi Horwitz (%)
1	Kadar Air		1.91	3.46
2	Hilang Pijar		0.48	2.66
3	Silika (SiO ₂)		1.09	2.12
4	Alumina (Al ₂ O ₃)	95.98-98.39	1.44	2.55
5	Besi Oksida (Fe ₂ O ₃)			
	• AAS	104.60-106.84	0.29	12.29
	• UV-Vis Spektrofotometri	98.40-99.32	1.65	12.11
6	Titan Oksida (TiO ₂)	97.54-98.00	2.70	14.49
7	Kalsium Oksida (CaO)	99.8	0.21	2.22
8	Magnesium Oksida (MgO)	99.07-99.48	0.85	2.62
9	Natrium Oksida (Na ₂ O)	97.55-104.71	7.99	11.33
10	Kalium Oksida (K ₂ O)	97.94-103.50	3.43	12.32
11	Litium Oksida (Li ₂ O)			
12	Mangan Oksida (MnO)			
	• AAS	100.39-100.53	0.25	12.65
	• UV-Vis Spektrophotometri	97.75-98.69	0.51	12.01
13	Tembaga Oksida (CuO)			
	• AAS	104.60-106.84	0.29	12.29
	• UV-Vis Spektrofotometri	103.65-104.73	0.21	13.46
	• Titrasi Iodometri	97.45-98.85	1.11	3.32

Bibliografi

1. ASTM C322, *Practice for Sampling Ceramic Whiteware Clays*.
2. ASTM D3682-01, *Standard Test Method for Mayor and Minor Elements in Combustion Residues from Coal Utilization Processes. Al_2O_3 , CaO , Fe_2O_3 , MgO , K_2O , Na_2O , TiO_2 , SiO_2 . ics Number Code 27.060.01*.
3. ASTM C 169 -92 (Reapproved 2000), *Standard Test Methods for Chemical Analysis of Soda -Lime and Borosilicate Glass*.
4. *Analitycal Methods Flame Atomic Absorption Spectrometry*, 1989, Iron-AW.55.85 halaman 23, Varian Australia Pty Ltd.
5. Bennet, H .1958, *Methods Of Silicate Analysis*, The British Ceramic Research Association, Stoke-On – Trent.
6. Bennet, H1971: *Chemical Methods of Silicate AnalyAnalysis*,The British Ceramic Research Assosiation
7. Shapiro, L. 1956, *Rapid Analysis of Silicate Rocks*, Geologycal Survey Bulletin , United States Government Printing Office , Washington.
8. Snell, FD 1959, *Colorimetric Methods of Analysis*, Vol II, Van Nostrand Co, New York.
9. Suhandha , Suparyo, Y. *Peleburan dan Pelarutan Contoh Batuan Mineral*, Balai Besar Keramik.
10. Vogel , A.I , 1978, *A Text Book of Quantitative Inorganic Analysis*, Longman Group Limited, London.
11. SNI 15-4936-1998, *Cara Uji Batu Tahan Api Jenis Alumina Tinggi dan Jenis Samot*.
12. SNI 15-1569-1989, *Barang Tahan Api Mullit*.
13. AR Suparta, *Metode Cepat Analisis Kimia Silikat-Silikat Tak Terlarut*, Balai Besar Keramik.
14. ASTM C169: *Standard Test Method for Chemical Analysis of Soda Lime and Borosilicate Glass*
15. ASTM D 3682-01 *Standard Test Method for Mayor and Minor Elements in Combustion Residues from Coal Utilization Processes. Al_2O_3 , CaO , Fe_2O_3 , MgO , K_2O , Na_2O , TiO_2 , SiO_2 . ICS Number Code 27.060.01*.
16. ASTM E31 *Chemical Analysis of Ferro Alloys*.
17. SNI 15-4936-1998, *Cara uji bata tahan api jenis alumina tinggi dan jenis samot (penentuan Al_2O_3)*
18. SNI 15-1569-1989, *Barang tahan api mullit*.











BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3,4,7,10
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.go.id